

Air dan air limbah – Bagian 4: Cara uji besi (Fe) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	2
4 Pengendalian mutu.....	5
5 Presisi dan bias	6
6 Rekomendasi.....	6
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	7
Bibliografi	8



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.4-2004, *Air dan air limbah - Bagian 4: Cara uji besi (Fe) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 21 th Edition*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC (2005), 3113B. *Electrothermal Atomic Absorption Spectrofotometric Method*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 11 September 2007 di Serpong. Selanjutnya SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 11 Juni 2008 sampai dengan 11 Agustus 2008. Kemudian SNI ini telah melalui tahap pemungutan suara pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI ini maka penerapan SNI 06-6989.4-2004 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 4: Cara uji besi (Fe) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan logam besi (Fe) total dan terlarut dalam air dan air limbah secara spektrofotometri serapan atom-nyala (SSA) pada kisaran kadar Fe 0,3 mg/L sampai dengan 10 mg/L dengan panjang gelombang 248,3 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2 $\mu\text{S/cm}$

2.2

besi terlarut

besi dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.3

besi total

besi yang terlarut dan tersuspensi dalam air setelah dilakukan proses pemanasan dengan asam kuat

2.4

blind sample

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

2.5

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.6

larutan induk logam besi (Fe)

larutan yang mempunyai kadar logam besi 100 mg Fe/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.6

larutan baku logam besi (Fe)

larutan induk logam besi yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.7

larutan kerja logam besi (Fe)

larutan baku logam besi yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.8

larutan blanko

air bebas mineral yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

2.9

larutan pengencer

larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air bebas mineral hingga $\text{pH} \leq 2$

2.10

larutan pencuci

larutan yang digunakan untuk mencuci semua peralatan gelas dan plastik

2.11

matrix modifier

bahan yang digunakan untuk mengurangi gangguan matriks contoh uji

2.12

spike matrix

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Analit logam besi dalam nyala udara asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit.

3.2 Bahan

- a) air bebas mineral;
- b) asam nitrat (HNO_3) pekat p.a;
- c) larutan standar logam besi (Fe);
- d) gas asetilen (C_2H_2) HP dengan tekanan minimum 100 psi;
- e) larutan pengencer HNO_3 0,05 M;
Larutkan 3,5 mL HNO_3 pekat ke dalam 1000 mL air bebas mineral dalam gelas piala.
- f) larutan pencuci HNO_3 5% (v/v).
Tambahkan 50 mL asam nitrat pekat ke dalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, lalu tambahkan air bebas mineral hingga 1000 mL dan homogenkan.
- g) Larutan kalsium
Larutkan 630 mg kalsium karbonat (CaCO_3) dalam 50 mL HCl (1+5). Bila perlu larutan dididihkan untuk menyempurnakan larutan. Dinginkan dan encerkan dengan air bebas mineral hingga 1 liter.
- h) udara tekan.

3.3 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-nyala
- b) lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*, HCL) besi;
- c) gelas piala 100 mL dan 250 mL;
- d) pipet volumetrik 10,0 mL dan 50,0 mL;
- e) labu ukur 50,0 mL; 100,0 dan 1000,0 mL;
- f) *Erlenmeyer* 100 mL;
- g) corong gelas;
- h) kaca arloji
- i) pemanas listrik;
- j) seperangkat alat saring vakum;

- k) saringan membran dengan ukuran pori 0,45 μm ;
- l) timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g; dan
- m) labu semprot.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (<i>polyethylene</i>) atau botol gelas
Pengawet	:	a) Untuk logam terlarut, saring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diasamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} < 2$. b) Untuk logam total, asamkan dengan HNO_3 hingga $\text{pH} < 2$.
Lama Penyimpanan	:	6 bulan
Kondisi Penyimpanan	:	Suhu ruang

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji besi terlarut

Siapkan contoh uji yang telah disaring dengan saringan membran berpori 0,45 μm dan diawetkan. Contoh uji siap diukur.

3.5.2 Persiapan contoh uji besi total

Siapkan contoh uji untuk pengujian besi total, dengan tahapan sebagai berikut:

- a) homogenkan contoh uji, pipet 50,0 mL contoh uji ke dalam gelas piala 100 mL atau *Erlenmeyer* 100 mL;
- b) tambahkan 5 mL HNO_3 pekat, bila menggunakan gelas piala, tutup dengan kaca arloji dan bila dengan *Erlenmeyer* gunakan corong sebagai penutup;
- c) panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL - 20 mL;
- d) jika destruksi belum sempurna (tidak jernih), maka tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji atau tutup *Erlenmeyer* dengan corong dan panaskan lagi (tidak mendidih). Lakukan proses ini secara berulang sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
- e) bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
- f) pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50,0 mL (saring bila perlu) dan tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;

CATATAN Tambahkan *matrix modifier* (larutan kalsium) dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.

- g) contoh uji siap diukur serapannya.

3.5.3 Pembuatan larutan induk logam besi 100 mg Fe/L

- a) timbang $\pm 0,100$ g logam besi, masukkan ke dalam labu ukur 1000,0 mL;
- b) tambahkan campuran 10 mL HCl (1+1) dan 3 mL HNO_3 pekat sampai larut (≈ 100 mg Fe/L);
- c) tambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda tera;

- d) hitung kembali kadar sesungguhnya berdasarkan hasil penimbangan.

CATATAN Larutan ini dapat dibuat dari larutan standar 1000 mg Fe/L siap pakai.

3.5.4 Pembuatan larutan baku logam besi 10 mg Fe/L

- pipet 10,0 mL larutan induk logam besi 100 mg Fe/L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera dan homogenkan.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja logam besi

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran besi;

CATATAN 1 Salah satu cara optimasi alat dengan uji sensitifitas.

CATATAN 2 Tambahkan *matrix modifier* (larutan kalsium) dan atau atasi gangguan pengukuran sesuai dengan SSA yang digunakan.

- aspirasikan larutan blanko ke dalam SSA-nyala kemudian atur serapan hingga nol;
- aspirasikan larutan kerja satu persatu ke dalam SSA-nyala, lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm, kemudian catat;
- lakukan pembilasan pada selang aspirator dengan larutan pengencer;
- buat kurva kalibrasi dari data pada butir 3.6.1.c) di atas, dan tentukan persamaan garis lurusnya;
- jika koefisien korelasi regresi linier (r) < dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 3.6.1 b) sampai dengan c) hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar besi dengan tahapan sebagai berikut:

- aspirasikan contoh uji ke dalam SSA-nyala lalu ukur serapannya pada panjang gelombang 248,3 nm. Bila diperlukan, lakukan pengenceran;

CATATAN 1 Bila hasil pengukuran untuk besi terlarut diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.1.

CATATAN 2 Bila hasil pengukuran untuk besi total diluar kisaran pengukuran, maka lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.5.2.

- catat hasil pengukuran.

3.7 Perhitungan

Kadar logam besi (Fe)

$$\text{Fe (mg/L)} = C \times fp \quad (1)$$

Keterangan:

C adalah kadar yang didapat hasil pengukuran (mg/L);

fp adalah faktor pengenceran.

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar dari 10% maka dilakukan pengukuran selanjutnya hingga diperoleh nilai RPD kurang dari atau sama dengan 10%.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (2)$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan *spike matrix* atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik untuk *spike matrix* adalah 85% - 115% dan untuk standar kerja 90% - 110%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (3)$$

Keterangan:

A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*) (mg/L);

B adalah kadar contoh uji (mg/L);

C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*) (mg/L).

CATATAN 1 Volume *spike matrix* yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.

5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui uji banding metode dengan peserta 8 laboratorium pada kadar 5 mg Fe/L dengan tingkat presisi (%RSD) 7,65% dan akurasi (bias metode) 2,44%.

6 Rekomendasi

- a) Lakukan analisis *blind sample*.
- b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 10) Kadar analit dalam contoh uji.



Bibliografi

Standard Methods for the Examination of water and wastewater 21st Edition, 2005, Method 3111B. Electrothermal Atomic Absorption Spectrofotometric Method

Komite Akreditasi Nasional, SR 02 *Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi*, 2004











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id